

PRODUCTION OF HIGH PURITY HEMATITE POWDER

Patent number: JP8133742
Publication date: 1996-05-28
Inventor: NISHITANI RYOJI; SETO YASUSHI; KOBAYASHI MASAMI
Applicant: TETSUGEN KK
Classification:
- **international:** (IPC1-7): C01G49/06
- **european:**
Application number: JP19940266931 19941031
Priority number(s): JP19940266931 19941031

Report a data error here

Abstract of JP8133742

PURPOSE: To produce a high purity hematite by purifying the precipitate of iron oxyhydroxide or magnetite precipitated from a ferrous salt solution under a specific condition to efficiently remove Ca, Mg, Na and sulfate ion. **CONSTITUTION:** At the time of producing the hematite powder by forming the precipitate of iron oxyhydroxide or magnetite from the ferrous salt solution, washing and drying after dehydrating and after that, heat treating the precipitate, a cake obtained by dehydrating the precipitate of iron oxyhydroxide or magnetite is dispersed in water, adjusted to pH6-8 and after that, dehydrated and washed. Then, the dehydrated cake is dispersed in water again, adjusted to pH2-5 with an acid, successively dehydrated and washed.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 8 - 1 3 3 7 4 2

(43) 公開日 平成 8 年 (1996) 5 月 28 日

(51) Int. Cl. ⁶

C01G 49/06

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

A

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願平 6 - 2 6 6 9 3 1

(22) 出願日 平成 6 年 (1994) 10 月 31 日

(71) 出願人 0 0 0 1 5 6 2 6 0

株式会社鐵原

東京都千代田区富士見 1 丁目 4 番 4 号

(72) 発明者 西谷 良治

福岡県北九州市戸畑区飛幡町 2 番 2 号飛幡ビル 株式会社鐵原八幡支店内

(72) 発明者 瀬戸 靖

東京都千代田区富士見 1 丁目 4 番 4 号 株式会社鐵原内

(72) 発明者 小林 正美

福岡県北九州市戸畑区飛幡町 2 番 2 号飛幡ビル 株式会社鐵原八幡支店内

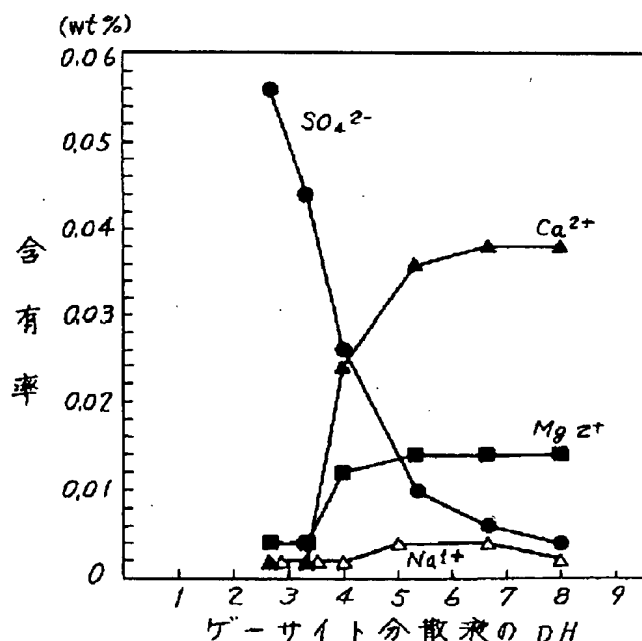
(74) 代理人 弁理士 椎名 強

(54) 【発明の名称】 高純度ヘマタイト粉末の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 磁芯等の磁性体材料や磁気ヘッド、磁気記録材料等の原料に使用することが可能な Ca, Mg, Na 及び硫酸イオン含有率の少ない高純度ヘマタイト粉末の製造方法を提供すること。

【構成】 オキシ水酸化鉄又はマグネタイトの沈殿物を脱水して得られるケーキを水に分散させ、pH を 6 ~ 8 に調整後、脱水、水洗を行い、次いで再度脱水ケーキを水に分散させ、酸により pH を 2 ~ 5 の範囲に調整し、続いて脱水、脱水ケーキの水洗を行う高純度ヘマタイト粉末の製造方法。



洗してもその除去率が一般に低いという問題がある。そこで、本発明はこのような問題を解消し、効率良く C a, M g, N a 及び硫酸イオンを除去し、高純度へマクタイト粉末を製造することを目的とするものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、本発明は、オキシ水酸化鉄粒子またはマクタイト粒子を水に分散させ、pH を 6 ～ 8 の中性付近とし、粒子表面に吸着している硫酸イオンを溶解し、次いでこの分散液を脱水、脱水ケーキの水洗を行う。この脱水ケーキを再度水に分散させ、pH を 2 ～ 5 の弱酸性とし、C a や M g 及び N a を溶解させ、次いで脱水、脱水ケーキの水洗後乾燥し、300 ～ 800℃ の範囲で熱処理することにより高純度へマクタイト粉末を製造する方法にある。

る。

【0006】ここで、オキシ水酸化鉄としては、ゲーサーやレピドクロサイト又はその混合物である。オキシ水酸化鉄粒子又はマクタイト粒子は、水洗によりアルカリを除去したものを用いる。使用する水は、C a や M g 及び S i 等の不純物が少ないイオン交換水又は蒸留水とする。C a や M g 及び S i 等の不純物が多い水を使用した場合には、分散時や水洗時にオキシ水酸化鉄粒子等の表面に C a や M g 及び S i 等が吸着するため、高純度へマクタイト粉末の製造には適さない。また、アルカリ剤としては、フモノニヤ水や水酸化ナトリウム水溶液、炭酸ナトリウム水溶液、水酸化マグネシウムなどを用いるが、分散液に N a 等の金属イオンが混入しないフモノニヤ水が好ましい。

【0007】酸としては酢酸や蓚酸、酒石酸、蟻酸などの有機酸か又は炭酸や硝酸などの無機酸で、熱処理温度において、二酸化炭素や水、二酸化窒素に分解されるものとする。酸を添加した後の pH が 2 より低い場合は、オキシ水酸化鉄又はマクタイトが溶解するため、pH は 2 以上が良い。C a や M g の除去率を上げるために、酸を添加した分散液の pH は 2 ～ 3.5 の範囲が好ましい。

【0008】

【作用】本発明において、重要な点はオキシ水酸化鉄粒子又はマクタイト粒子を分散させた溶液の pH と、粒子表面に吸着している C a, M g, N a 及び硫酸イオンの溶解量の関係を応用していることにある。図 1 はゲーサーサイトをイオン交換水に分散させた溶液の pH と、当該分散液を濾過、水洗して得られたゲーサイト粒子の C a, M g, N a 及び硫酸イオンの含有率との関係を示した図である。この図 1 に示すように、分散液の pH を調整することによって、ゲーサイトの不純物含有率を下げることができることを見出した。すなわち、最初のゲーサイトを分散した溶液の pH を 6 ～ 8 にすることにより硫酸イオンを除去し、2 回目の分散液の pH を 2 ～ 5 に調整し、C a⁺⁺ と M g⁺⁺ を除去する。N a⁺ は pH 2

【特許請求の範囲】
【請求項 1】 第 1 鉄塩溶液からオキシ水酸化鉄又はマクタイトの沈殿物を生成し、該沈殿物を脱水した後水洗及び乾燥後、熱処理することへマクタイト粉末を製造する方法において、オキシ水酸化鉄又はマクタイトの沈殿物を脱水して得られるケーキを水に分散させ、pH を 6 ～ 8 に調整後、脱水、水洗を行い、次いで再度脱水ケーキを水に分散させ、酸により pH を 2 ～ 5 の範囲に調整し、続いて脱水、脱水ケーキの水洗を行うことを特徴とする高純度へマクタイト粉末の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、C a, M g, N a 及び硫酸イオン含有率の少ない高純度へマクタイト粉末の製造方法に関し、特に磁芯等の磁性体材料や磁気ヘッド、磁気記録材料の原料に使用する高純度へマクタイト粉末の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】一般に、ゲーサーやレピドクロサイト等のオキシ水酸化鉄粒子やマクタイト粒子の代表的な製造方法としては、硫酸第 1 鉄溶液や塩化第 1 鉄溶液等の第 1 鉄塩溶液に所定量の水酸化ナトリウム水溶液や炭酸ナトリウム等のアルカリ剤を加え、水酸化第 1 鉄のコロイドを沈殿させ、次いで酸液又は空気をコロイドに吹き込み酸化する。このときのアルカリ比及び酸化温度によって、ゲーサーかレピドクロサイトもしくはマクタイトのいずれか又は混合物が生成する。生成したこれらの沈殿粒子を濾過、水洗、乾燥後、300 ～ 800℃ の温度で熱処理を行いマクタイト粉末を製造するものである。

【0003】このへマクタイト粉末は不純物が少ないものが要求されるため、製造工程において不純物を除去する必要がある。そこで、通常 C r や A l 等の不純物は第 1 鉄塩水溶液の段階で除去される。また、N a や C a、硫酸イオンの除去法としては、多量の水を用いて長時間水洗する方法が一般的である。更に、オキシ水酸化鉄粒子やマクタイト粒子をイオン交換水、蒸留水、アルカリ性水溶液で洗浄する方法（特開昭 63-222019 号公報、特開昭 62-36026 号公報）やへマクタイト粉末を酸性水やイオン交換水で洗浄する方法（特開平 3-131524 号公報）などが提案されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】上述したように、第 1 鉄塩溶液から生成した沈殿粒子をイオン交換水、アルカリ性水溶液で洗浄後熱処理する方法では、得られるへマクタイト粒子中の C a, M g, N a 及び硫酸イオンの含有率を 0.005 wt % 以下にすることは非常に難しい。また、オキシ水酸化鉄粒子やマクタイト粒子を熱処理して得られるへマクタイト粒子中の C a や M g などは酸化物として存在するため、酸性水溶液やイオン交換水で水

～8 の範囲において、高い除去率を示すことが判る。

【0009】

【実施例】以下、実施例によって、さらに本発明について具体的に説明する。硫酸第1鉄溶液から一般的な方法で製造されたゲーサイト2kgを80lのイオン交換水に入れて分散させ、アンモニア水を添加しpHを7.5に調整後、さらに30分間攪拌する。この分散液をフィルタープレスによって脱水後、イオン交換水で脱水ケーキを十分に水洗する。乾燥後400℃、1時間電気炉で熱処理を行いヘマタイトを得る。次いで、脱水したゲー

表 1

		弱アルカリ 表面洗浄	弱酸性 表面処理	SO ₄ ²⁻ (wt%)	Na ⁺ (wt%)	Ca ²⁺ (wt%)	Mg ²⁺ (wt%)
実 施 例	第1処理 工程	有	無	0.005	0.005	0.031	0.008
	第2処理 工程	有	有	0.005	0.001	0.002	0.003
比 較 例		無	無	0.042	0.056	0.035	0.012

【0011】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によるオキシ水酸化鉄粒子又はマグネタイト粒子を分散させた溶液のpHを中性付近とすることにより硫酸イオンを除去し、再度分散させた液を弱酸性にすることにより、CaとMg及びNaを除去後熱処理することで高純度ヘマタイト粉末を製造することが可能となった。このようにして、本発明で製造された高純度ヘマタイト粉末は、チップインダクターや高周波用パワーフェライトなどの高性能磁

サイトを再びイオン交換水に分散させ、酢酸を添加しpHを2.5に調整し、さらに30分間攪拌後、この分散液をフィルタープレスで脱水後、イオン交換水で脱水ケーキを水洗する。乾燥後400℃、1時間電気炉で熱処理を行いヘマタイトを得る。表1に、第1処理工程と第2処理工程を分けて、その得られたヘマタイト粉末と、比較例として表面洗浄を行わず製造したヘマタイト粉末の化学分析値をそれぞれ示す。

【0010】

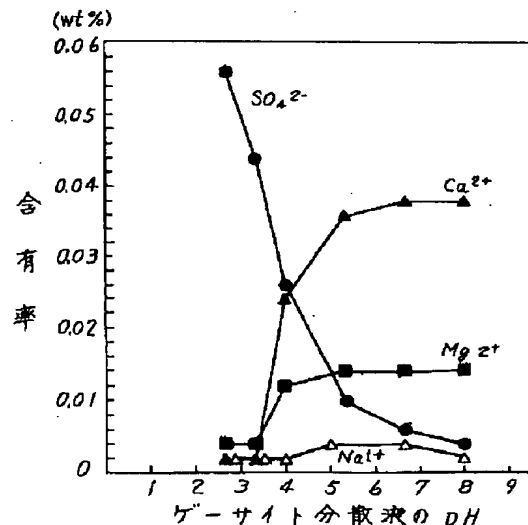
【表1】

性材料や高性能磁気ヘッド用フェライトの原料として優れた特性を持つものである。また、本発明による製造方法は、磁気記録用ゲーサイトの製造方法にも応用できる極めて優れた効果を奏するものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】ゲーサイト粒子をイオン交換水に分散させた溶液のpHと、当該分散液を濾過、水洗して得られたゲーサイト粒子のCa、Mg、Na及び硫酸イオンの含有率との関係を示した図である。

【図1】



THIS PAGE BLANK (USPTO)